

10/009795
500

訂正版

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2001年11月8日 (08.11.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/83584 A1

- (51) 国際特許分類7: C08G 64/40
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/02418
- (22) 国際出願日: 2000年4月13日 (13.04.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 帝人株式会社 (TEIJIN LIMITED) [JP/JP]; 〒541-0054 大阪府 大阪市中央区南本町1丁目6番7号 Osaka (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 村上雅裕 (MURAKAMI, Masahiro) [JP/JP]. 下成正志 (SIMONARU,
- Masasi) [JP/JP]. 佐脇 透 (SAWAKI, Toru) [JP/JP]. 佐々木勝司 (SASAKI, Katsushi) [JP/JP]; 〒740-0014 山口県 岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内 Yamaguchi (JP).
- (74) 代理人: 前田純博 (MAEDA, Sumihiro); 〒100-0011 東京都千代田区内幸町2丁目1番1号 帝人株式会社 知的財産センター内 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(国内): JP, US.
- (84) 指定国(広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
- 添付公開書類:
— 國際調査報告書
- (48) この訂正版の公開日: 2002年2月14日

/続葉有/

(54) Title: METHOD FOR PRODUCTION OF POLYCARBONATE AND FILTERING DEVICE

(54) 発明の名称: ポリカーボネートの製造方法、フィルター装置

(57) Abstract: A method for the production of a polycarbonate which uses one or more of filtering devices having laminated plural disk type filter elements having a outer diameter of 15 inches (38.1 cm) or less, a ratio of inner diameter/outer diameter of 1/7 or more and an aperture of 40 μ m or less; and the filtering device. The filtering device can be used for removing foreign substances with good efficiency and at the same time inhibiting the occurrence of discoloration, crosslinking or gelation, and accordingly for producing a polycarbonate and a formed product therefrom having excellent quality. The production method and the filtering device are effectively used especially in producing a polycarbonate through the transesterification method.

(57) 要約:

外径が15インチ(38.1cm)以下であり、内径／外径の比が1/7以上であり、目開きが40 μ m以下であるディスクタイプフィルター要素を複数枚積層して収納するフィルター装置を1つ以上使用するポリカーボネートの製造方法および濾過装置。

フィルター装置を用いて異物を効率よく除去し、同時にフィルター装置内の着色、架橋、ゲルの発生を抑制して、品質の優れたポリカーボネートおよび成形物を製造できる。

この製造方法及び濾過装置はエステル交換法によって製造されたポリカーボネートにたいし特に有効である。

WO 01/83584 A1



(15) 訂正情報:

PCTガゼットセクションIIのNo.07/2002(2002年2月
14日)を参照

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年11月8日 (08.11.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/83584 A1

(51) 国際特許分類:

C08G 64/40

(72) 発明者; および

(21) 国際出願番号:

PCT/JP00/02418

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 村上雅裕 (MURAKAMI, Masahiro) [JP/JP]. 下成正志 (SIMONARU, Masasi) [JP/JP]. 佐脇 透 (SAWAKI, Toru) [JP/JP]; 〒740-0014 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内 Yamaguchi (JP).

(22) 国際出願日: 2000年4月13日 (13.04.2000)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(74) 代理人: 前田純博 (MAEDA, Sumihiro); 〒100-0011 東京都千代田区内幸町2丁目1番1号 帝人株式会社 知的財産センター内 Tokyo (JP).

(26) 国際公開の言語:

日本語

(81) 指定国(国内): JP, US.

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 帝人株式会社 (TEIJIN LIMITED) [JP/JP]; 〒541-0054 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号 Osaka (JP).

(84) 指定国(広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 佐々木勝司 (SASAKI, Katsushi) [JP/JP]; 〒740-0014 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内 Yamaguchi (JP).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

/統葉有/

(54) Title: METHOD FOR PRODUCTION OF POLYCARBONATE AND FILTERING DEVICE

(54) 発明の名称: ポリカーボネートの製造方法、フィルター装置

(57) Abstract: A method for the production of a polycarbonate which uses one or more of filtering devices having laminated plural disk type filter elements having a outer diameter of 15 inches (38.1 cm) or less, a ratio of inner diameter/outer diameter of 1/7 or more and an aperture of 40 μ m or less; and the filtering device. The filtering device can be used for removing foreign substances with good efficiency and at the same time inhibiting the occurrence of discoloration, crosslinking or gelation, and accordingly for producing a polycarbonate and a formed product therefrom having excellent quality. The production method and the filtering device are effectively used especially in producing a polycarbonate through the transesterification method.

(57) 要約:

外径が15インチ(38.1cm)以下であり、内径/外径の比が1/7以上であり、目開きが40 μ m以下であるディスクタイプフィルターエレメントを複数枚積層して収納するフィルター装置を1つ以上使用するポリカーボネートの製造方法および濾過装置。

フィルター装置を用いて異物を効率よく除去し、同時にフィルター装置内での着色、架橋、ゲルの発生を抑制して、品質の優れたポリカーボネートおよび成形物を製造できる。

この製造方法及び濾過装置はエステル交換法によって製造されたポリカーボネートにたいし特に有効である。

WO 01/83584 A1



2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

5 ポリカーボネートの製造方法、フィルター装置

技術分野

本願発明は、異物の少ないポリカーボネートの製造方法に関し、特にポリマー
10 フィルター（ポリマー用のフィルター装置）を用いて異物の少ないポリカーボネ
ートを製造する方法および濾過装置に関するものである。

背景技術

一般にポリカーボネートの異物は、原料および反応系外から混入する異物と、
反応装置および反応後の高粘度物質の流路内で発生する異物とに分類でき、前者
15 に対しては、原料異物濾過フィルターや、反応系の密閉性を向上させることによ
り異物混入防止策がなされている。一方、後者に対しては、高粘度物質を所望の
形態に加工する前において、濾過フィルターを用いることにより異物の除去がな
されている。

しかしながら、被濾過液の温度、粘度、処理量と言った濾過条件や使用する濾
20 過フィルターの目開きや形式によっては、濾過フィルター内で着色、架橋、ゲル
発生等のポリマー滞留による劣化をひきおこし、製品品質に多大な影響を生じさ
せていた。

特に近年、DVD、MO、CDRなどの高密度、高精度が必要な光学用途において使
用されるポリカーボネートでは、異物や着色の問題、ゲルの問題は直接的
25 に最終製品のブロックエラーレートなどの光学特性および引張り、曲げ、韌性な
どの機械特性に影響を及ぼすため、このような問題は深刻である。更に、ゲルは
その形状が変化する特性を持つため、フィルターの目開き以上の大きさのゲルで
あってもフィルターを通過する場合があり極めて深刻な問題である。

発明の開示

本願発明は以下の通りである。

1. 粘度平均分子量が1 0 0 0 0以上 の溶融状態のポリカーボネートを濾過するポリカーボネートの製造方法であって、外径が1 5 インチ (3 8. 1 cm) 以下であり、内径／外径の比が1 / 7 以上であり、目開きが4 0 μm 以下であるディスクタイプフィルターエレメントを複数枚積層して収納するフィルター装置を1つ以上使用するポリカーボネートの製造方法。
2. 収納するディスクタイプフィルターエレメントの内径／外径の比が1 / 5 以上であることを特徴とする上記1記載のポリカーボネートの製造方法。
3. 使用するディスクタイプフィルターエレメントの外径が4 インチ (1 0. 2 cm) 以上であることを特徴とする上記1または2記載のポリカーボネートの製造方法。
4. 使用するディスクタイプフィルターエレメントの外径が1 2 インチ (3 0. 5 cm) 以下でありかつ6 インチ (1 5. 2 cm) 以上であることを特徴とする上記1～3のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
5. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルターエレメントの枚数が5 0 0 枚以下であることを特徴とする上記1～4のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
6. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルターエレメントの枚数が2 0 0 枚以下であることを特徴とする上記1～4のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
7. 隣接するディスクタイプフィルターエレメントの積層間隔（単に積層間隔という場合もある）が実質的に5 mm以下であることを特徴とする上記1～6のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
8. 積層されたディスクタイプフィルターエレメントを、一つのフィルター装置につき1組のみ収納することを特徴とする上記1～7のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
9. ディスクタイプフィルターエレメントが焼結金属纖維組織および／または金網よりなる濾過材を構成要素として含むことを特徴とする上記1～8のいず

れかに記載のポリカーボネートの製造方法。

10. ポリカーボネートが芳香族ジオール化合物と炭酸ジエステル化合物とを触媒の存在若しくは非存在下に重縮合せしめて製造したポリカーボネートであることを特徴とする上記1～9のいずれかに記載の製造方法。

5 11. 芳香族ジオール化合物と炭酸ジエステル化合物とを触媒の存在若しくは非存在下に連続的に重縮合せしめて製造したポリカーボネートを溶融状態で必要に応じて添加剤を添加した後、一旦冷却固化することなく直接フィルター装置で濾過することを特徴とする上記1～10のいずれかに記載のポリカーボネート製造方法。

10 12. 外径が15インチ(38.1cm)以下であり、内径／外径の比が1／7以上であり、目開きが40μm以下であるディスクタイプフィルター元素を複数枚積層して収納するポリカーボネート製造用フィルター装置。

13. 収納するディスクタイプフィルター元素の内径／外径の比が1／5以上であることを特徴とする上記12に記載のフィルター装置。

15 14. 使用するディスクタイプフィルター元素の外径が4インチ(10.2cm)以上であることを特徴とする上記12または13に記載のフィルター装置。

20 15. 使用するディスクタイプフィルター元素の外径が12インチ(30.5cm)以下でありかつ6インチ(15.2cm)以上であることを特徴とする上記12～14のいずれかに記載のフィルター装置。

16. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルター元素の枚数が500枚以下であることを特徴とする上記12～15のいずれかに記載のフィルター装置。

25 17. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルター元素の枚数が200枚以下であることを特徴とする上記12～15のいずれかに記載のフィルター装置。

18. 隣接するディスクタイプフィルター元素の積層間隔が実質的に5mm以下であることを特徴とする上記12～17のいずれかに記載のフィルター装置。

19. 積層されたディスクタイプフィルターエレメントを1組のみ収納することを特徴とする上記12～18のいずれかに記載のフィルター装置。

20. ディスクタイプフィルターエレメントが焼結金属繊維組織および／または金網よりなる濾過材を構成要素として含むことを特徴とする上記12～19のいずれかに記載のフィルター装置。
5

21. ポリカーボネートが芳香族ジオール化合物と炭酸ジエステル化合物とを触媒の存在若しくは非存在下に重縮合せしめて製造したポリカーボネートであることを特徴とする上記12～20のいずれかに記載のフィルター装置。

本願発明で言う芳香族ポリカーボネートには特に制限が無く、芳香族ジオール化合物とカーボネート前駆体とを反応させて得られる芳香族ポリカーボネートを使用することができ、例えば、芳香族ジオールのアルカリ金属塩とホスゲンとを反応させて得られる界面重合法ポリカーボネートや芳香族ジオールと芳香族炭酸ジエステルとを反応させて得られる溶融重合法ポリカーボネートを挙げることができる。
10

これらの芳香族ポリカーボネートの内、溶融重合法で得られるポリカーボネートは、重合槽から直接溶融状態で得ることができ、ポリマーの再溶融が不要であること、更には溶融重合法の場合、重合装置とフィルター装置とが直結されており、フィルター装置の寿命が重合の連続運転性に大きな影響を及ぼすため、界面重合法に使用するフィルター装置よりも厳しい要求が課せられていることから、
20 本願発明の改良されたフィルター装置の使用により大きな効果が得られるため、最も適した対象である。

溶融重合でポリカーボネートを製造する方法とは芳香族ジオール化合物（本願発明においては芳香族ジヒドロキシ化合物とも記載する）と、炭酸ジエステル化合物とを例えば塩基性窒素含有化合物とアルカリ金属化合物および／またはアルカリ土類金属化合物とよりなるエステル交換触媒等の存在下、溶融重縮合させる方法である。
25

このような芳香族ジオール化合物としては例えば、ビス（4-ヒドロキシフェニル）メタン、2, 2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）プロパン、2, 2-ビス（4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル）プロパン、4, 4-ビス（4-ヒド

ロキシフェニル) ヘプタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジクロロフェニル) プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジプロモフェニル) プロパン、ビス(4-ヒドロキシフェニル) オキサイド、ビス(3, 5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル) オキサイド、p, p'-ジヒドロキシジフェニル、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(ヒドロキシフェニル) スルホン、レゾルシノール、ハイドロキノン、1, 4-ジヒドロキシ-2, 5-ジクロロベンゼン、1, 4-ジヒドロキシ-3-メチルベンゼン、ビス(4-ヒドロキシフェニル) スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフェニル) スルホキシド等が挙げられるが、特に2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル) プロパンが好ましい。

本願発明に用いられる炭酸ジエステル化合物としては、例えばジフェニルカーボネート、ジトリールカーボネート、ビス(クロロフェニル) カーボネート、m-クレジルカーボネート、ジナフチルカーボネート、ビス(ジフェニル) カーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジブチルカーボネート、ジシクロヘキシリカーボネートなどが用いられる。これらのうち特にジフェニルカーボネートが好ましい。

本願発明に用いられる2種類の原料の使用比率は、炭酸ジエステル化合物の使用モル数を芳香族ジヒドロキシ化合物の使用モル数で除した値であらわした原料モル比において、1. 00から1. 10の範囲の中から選択することが好ましい。

さらに、本願発明の芳香族ポリカーボネートは、必要に応じて、脂肪族ジオールとして、例えば、エチレングリコール、1, 4-ブタンジオール、1, 4-シクロヘキサンジメタノール、1, 10-デカンジオール等を、ジカルボン酸類として、例えば、コハク酸、イソフタル酸、2, 6-ナフタレンジカルボン酸、アジピン酸、シクロヘキサンカルボン酸、テレフタル酸等；オキシ酸類例えば、乳酸、P-ヒドロキシ安息香酸、6-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸等を含有しても良い。

本願発明に用いられる触媒は特に限定されないが、塩基性窒素含有化合物とアルカリ金属化合物および／またはアルカリ土類金属化合物とよりなるエステル交換触媒を使用することができる。

本願発明で使用されるアルカリ金属および／またはアルカリ土類金属化合物についても、得られる芳香族ポリカーボネートの色相を低下させるものでなければ特に制限はなく種々の公知のものを使用することができる。

触媒として用いられるアルカリ金属化合物としては、例えばアルカリ金属の水酸化物、炭酸水素化物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、亜硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、水素化ホウ素塩、安息香酸塩、リン酸水素化物、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

具体例としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸リチウム、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、亜硝酸リチウム、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸リチウム、シアン酸ナトリウム、シアン酸カリウム、シアン酸リチウム、チオシアン酸ナトリウム、チオシアン酸カリウム、チオシアン酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、水素化ホウ素ナトリウム、水素化ホウ素カリウム、水素化ホウ素リチウム、フェニル化ホウ酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸リチウム、リン酸水素ジナトリウム、リン酸水素ジカリウム、リン酸水素ジリチウム、ビスフェノールAのジナトリウム塩、ジカリウム塩、ジリチウム塩、フェノールのナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩などが挙げられる。

触媒として用いられるアルカリ土類金属化合物としては、例えばアルカリ土類金属の水酸化物、炭酸水素化物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、亜硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、安息香酸塩、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

具体例としては、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、水酸化ストロンチウム、炭酸水素カルシウム、炭酸水素バリウム、炭酸水素ストロンチウム、炭酸カルシウム、炭酸バリウム、炭酸ストロンチウム、酢酸カルシウム、酢酸バリウム、酢酸ストロンチウム、硝酸カルシウム、硝酸バリウム、硝酸ストロンチウム、亜硝酸カルシウム、亜硝酸バリウム、亜硝酸ストロンチウム、亜硫酸カルシウム、亜

硫酸バリウム、亜硫酸ストロンチウム、シアン酸カルシウム、シアン酸バリウム、シアン酸ストロンチウム、チオシアン酸カルシウム、チオシアン酸バリウム、チオシアン酸ストロンチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸ストロンチウム、水素化ホウ素カルシウム、水素化ホウ素バリウム、
5 水素化ホウ素ストロンチウム、安息香酸カルシウム、安息香酸バリウム、安息香酸ストロンチウム、ビスフェノールAのカルシウム塩、バリウム塩、ストロンチウム塩、フェノールのカルシウム塩、バリウム塩、ストロンチウム塩などが挙げられる。

本願発明においては所望により、触媒のアルカリ金属化合物として、(a) 周期律表第14族の元素のアート錯体のアルカリ金属塩または(b) 周期律表第14族の元素のオキソ酸のアルカリ金属塩を用いることができる。ここで周期律表第14族の元素とは、ケイ素、ゲルマニウム、スズのことをいう。

(a) 周期率表第14族元素のアート錯体のアルカリ金属塩は、特開平7-268091号公報に記載のものをいうが、具体的には、ゲルマニウム(Ge)の化合物; $\text{NaGe}(\text{OMe})_5$ 、 $\text{NaGe}(\text{OEt})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OPr})_5$ 、 $\text{NaGe}(\text{OBu})_5$ 、 $\text{NaGe}(\text{OPh})_5$ 、 $\text{LiGe}(\text{OMe})_5$ 、 $\text{LiGe}(\text{OBu})_5$ 、 $\text{LiGe}(\text{OPh})_5$ を挙げることができる。

スズ(Sn)の化合物としては、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_2(\text{OEt})$ 、 $\text{NaSn}(\text{OPr})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{O}-\text{n}-\text{C}_6\text{H}_{13})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_5$ 、 $\text{NaSn}(\text{OEt})_5$ 、 $\text{NaSn}(\text{OBu})_5$ 、 $\text{NaSn}(\text{O}-\text{n}-\text{C}_{12}\text{H}_{25})_5$ 、 $\text{NaSn}(\text{OEt})$ 、 $\text{NaSn}(\text{OPh})_5$ 、 $\text{NaSnBu}_2(\text{OMe})_3$ を挙げができる。

また(b) 周期律表第14族元素のオキソ酸のアルカリ金属塩としては、例えばケイ酸(silicic acid)のアルカリ金属塩、スズ酸(stannic acid)のアルカリ金属塩、ゲルマニウム(II)酸(germanous acid)のアルカリ金属塩、ゲルマニウム(IV)酸(germanic acid)のアルカリ金属塩を好ましいものとして挙げができる。

ケイ酸のアルカリ金属塩は、例えばモノケイ酸(monosilicic acid)またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例と

しては、オルトケイ酸モノナトリウム、オルトケイ酸ジナトリウム、オルトケイ酸トリナトリウム、オルトケイ酸テトラナトリウムを挙げることができる。

スズ酸のアルカリ金属塩は、例えばモノスズ酸 (monostanic acid) またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはモノスズ酸ジナトリウム塩 ($\text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot \text{XCH}_2\text{O}$, $\text{X}=0 \sim 5$)、モノスズ酸テトラナトリウム塩 (Na_4SnO_4) を挙げることができる。
5

ゲルマニウム (II) 酸 (germanous acid) のアルカリ金属塩は、例えばモノゲルマニウム酸またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはゲルマニウム酸モノナトリウム塩 (NaHGeO_2) を挙げることができる。
10

ゲルマニウム (IV) 酸 (germanic acid) のアルカリ金属塩は、例えばモノゲルマニウム (IV) 酸またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはオルトゲルマニウム酸モノリチウム酸 (LiH_3GeO_4) オルトゲルマニウム酸ジナトリウム塩、オルトゲルマニウム酸テトラナトリウム塩、ジゲルマニウム酸ジナトリウム塩 ($\text{Na}_2\text{Ge}_2\text{O}_5$)、テトラゲルマニウム酸ジナトリウム塩 ($\text{Na}_2\text{Ge}_4\text{O}_9$)、ペンタゲルマニウム酸ジナトリウム塩 ($\text{Na}_2\text{Ge}_5\text{O}_{11}$) を挙げることができる。
15

触媒としてのアルカリ金属化合物またはアルカリ土類金属化合物は、当該触媒中のアルカリ金属元素またはアルカリ土類金属元素が芳香族ジオール化合物 1 モル当り $1 \times 10^{-8} \sim 5 \times 10^{-5}$ 当量となる場合で好ましく使用される。より好ましい割合は同じ基準に対し $5 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ 当量となる割合である。
20

当該触媒中のアルカリ金属元素量またはアルカリ土類金属元素量が芳香族ジオール化合物 1 モル当り $1 \times 10^{-8} \sim 5 \times 10^{-5}$ 当量の範囲を逸脱すると、得られる芳香族ポリカーボネートの諸物性に悪影響を及ぼしたり、また、エステル交換反応が充分に進行せず高分子量の芳香族ポリカーボネートが得られない等の問題があり好ましくない。
25

また、触媒としての塩基性窒素含有化合物としては、例えばテトラメチルアンモニウムヒドロキシド (Me_4NOH)、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド (Et_4NOH)、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド (Bu_4NOH)、ベ

5 ンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド ($\phi-\text{CH}_2(\text{Me})_3\text{NOH}$) 、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシドなどのアルキル、アリール、アルキルアリール基などを有するアンモニウムヒドロオキシド類、トリエチルアミン、トリブチルアミン、ジメチルベンジルアミン、ヘキサデシルジメチルアミンなどの3級アミン類、あるいはテトラメチルアンモニウムボロハイドライド (Me_4NBH_4) 、テトラブチルアンモニウムボロハイドライド (Bu_4NBH_4) 、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルボレート ($\text{Me}_4\text{NBPPh}_4$) 、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルボレート ($\text{Bu}_4\text{NBPPh}_4$) などの塩基性塩を挙げることができる。

10 上記塩基性窒素含有化合物は、塩基性窒素含有化合物中のアンモニウム窒素原子が芳香族ジオール化合物1モル当り $1 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-3}$ 当量となる割合で用いるのが好ましい。より好ましい割合は同じ基準に対し $2 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-4}$ 当量となる割合である。特に好ましい割合は同じ基準に対し $5 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-4}$ 当量となる割合である。

15 なお、本願明細書において、仕込み芳香族ジオール化合物（芳香族ジヒドロキシ化合物ともいう）に対するアルカリ金属化合物、アルカリ土類金属化合物、塩基性窒素含有化合物の割合を、「芳香族ジヒドロキシ化合物1モルに対し金属または塩基性窒素としてW（数値）当量のZ（化合物名）量」として表現したが、これは、例えば、Zがナトリウムフェノキシドや2, 2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）プロパンモノナトリウム塩のようにナトリウム原子が一つであり、またトリアミンのように塩基性窒素が一つであれば、Zの量がWモルに相当することを意味し、2, 2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）プロパンジナトリウム塩のように二つであれば、W/2モルに相当することを意味する。

20 25 本願発明の重縮合反応には、上記触媒と一緒に、必要により、周期律表第14族元素のオキソ酸および同元素の酸化物よりなる群から選ばれる少なくとも1種の助触媒を共存させることができる。

これら助触媒を特定の割合で用いることにより、末端の封鎖反応、重縮合反応速度を損なうことなく、重縮合反応中に生成し易い分岐反応や、成形加工時にお

ける装置内での異物の生成、やけといった好ましくない副反応をより効果的に抑制することができる。

本願発明者等の研究結果によると、芳香族ポリカーボネートの異物は特定の濾過処理によって極めて効率よく除去できることが判明した。

5 濾過処理に係る本願発明に使用する芳香族ポリカーボネートの分子量は特に制限が無いが、重合度が低い芳香族ポリカーボネートは物性が低く、その用途が極めて制限されることから、粘度平均分子量で10000以上の芳香族ポリカーボネートを使用することが好ましい。また、分子量が極めて高くなった場合はフィルター装置による濾過操作圧が高くなるため、粘度平均分子量は5000以下が濾過処理に係る本願発明の実施に適している。

10 本願発明におけるフィルター装置とは、ポリカーボネート中に存在する異物を濾過して除去する設備を意味し、濾過処理を施す溶融状態のポリカーボネートをフィルターエレメントに導くための流入路と、ポリカーボネートを濾過するためのフィルターエレメントと、濾過されたポリカーボネートをフィルター外に導くための流出路と、これらを収納するための容器により構成される。ここで、フィルターエレメントとは、フィルター装置内に収納されるポリカーボネート濾過手段である。

15 本願発明に係るディスクタイプフィルターエレメントと濾過装置とを図1～3を用いて説明すると次のようになる。ただし、図1～3は本願発明を例示するものであり、本願発明はこれらの図およびこれらの図を用いる説明によって制限されるものではない。

20 図1は濾過装置の断面図であり、濾過容器1とフランジプレート2とで作られた空間内に、ディスクタイプフィルターエレメント5がスペーサー6を間に挟んで、積層され、フィルター押え4によって、フランジプレート2に押し付けられ、固定されている。

25 ディスクタイプフィルターエレメント5は図2、3に示すように、ポリマーを濾過するための濾材12とハブ13とを有し、積層された場合にハブ13が積み重なって、孔11のつながりとセンター・ポール7で構成される導通管（導通溝）（図1の番号8）を形成する。

センターポール 7 は孔 11 に内接する多角形や星型の断面を有するポールであり、センターポール 7 を通してディスクタイプフィルターエレメント 5 とスペーサー 6 とを交互に積層することにより半径方向の積層位置を定める役割も担う。

ハブ 13 は、図 1 に示すフィルター押さえ 4 によって、互いに、またはフランジプレート 2 に対し、押し付けられ、固定される。

ポリマーはポリマーフローライン 3 を経て、ディスクタイプフィルターエレメント 5 で濾過され、導通管 8 を通った濾過後のポリマーがポリマーフローライン 9 を経て濾過装置外に出る。

図 3 に示すごとく、ディスクタイプフィルターエレメント 5 の内部（2 次側流路）には、パンチングプレート等から構成される支持板 15 と目の粗い金網等から構成されるリテナー 14 とがあり、濾過時の圧力で 2 次側流路厚み B が薄く変形しないようにしてある。

本願発明に係る積層間隔は、図 1 では距離 A で表わされ、ディスクタイプフィルターエレメントの外径は距離 D で表わされ、ディスクタイプフィルターエレメントの内径は距離 d で表わされる。

本願発明で使用されるディスクタイプフィルターエレメントの濾材（図 2 の番号 12）は、ポリカーボネート中に存在する異物を除去するための直接的役割を担う部分であり、定められた目開きを狭いばらつきで保有することが求められ、加えて、被処理物質に対する化学的安定性と耐熱性とある程度の耐圧性とが要求される。このような濾材としては、上記要件を満たす公知の材質を好ましく使用できるが、金属の細線を織って作製した金網や、金属の短纖維を湿式や乾式で抄紙した後焼結して組織を固定した焼結金属纖維組織よりなるフィルターが最も好ましく使用される。

本願発明においては一つ以上のフィルター装置を使用して異物を含むポリカーボネートを濾過し、異物を含まないポリカーボネートを製造することができるが、使用するフィルター装置は直列に設置しても良く、並列に設置して使用しても良い。

本願発明のフィルター装置に使用するフィルターエレメントとしてはディスクタイプフィルターエレメントが好ましい。

特に溶融重合で得られるポリカーボネートの場合、重合は連続的に実施される場合が多く、かつ、重合装置とフィルター装置とが直結されている場合が多いいため、フィルター装置のトラブルは重合工程の停止に繋がる場合がある。また、フィルター装置を並列で設置し切り替えて使用する場合には、切り替え時に品質変動が生じる場合が多い。このため、フィルター装置の寿命（より正確に言えばフィルターエレメントの寿命）は長い方が好ましく、複数枚積層することにより大きな濾過面積を与えることができるディスクタイプフィルターエレメントが好ましく使用される。

しかしながら、ディスクタイプフィルターエレメントは濾過面積を多く採れると言う利点がある反面、濾過面積を増すほど偏流が生じ易いと言う欠点を有している。

一方、本願発明者等の検討によると、ポリカーボネートはポリエステルやポリオレフィン等と異なり酸素の侵入を遮断した状態でも長時間の熱履歴によりそれが自身が容易に分岐・架橋し、ゲルを生成すると言う特徴があることが解った。このため、フィルター装置内における偏流はポリカーボネートの場合、フィルター装置内でのゲル生成を生じ致命的な問題となる。従って、ポリカーボネートの濾過においてディスクタイプフィルターエレメントを有効に使用するためには偏流の問題を解決することが必要となる。

本願発明者等は前記の認識に立って、その解決方法を銳意検討した結果、ディスクタイプフィルターエレメントの使用に当たって幾つかの条件を満たすことにより偏流の問題を解決でき、これによってフィルター装置を用いてゲルや異物を含まない良好な品質のポリカーボネートを長期にわたって取得できることを見出した。

フィルター装置およびディスクタイプフィルターエレメントの材質は、重合して得られたポリカーボネートに不活性であり、かつ該ポリカーボネートへの溶出成分がなければ特に限定されるものではないが、一般には金属、特にステンレススチールが用いられ、例えばSUS 304、SUS 316等が好ましく使用される。

本願発明に於けるディスクタイプフィルターエレメントの目開きとは、ディス

クタイプフィルターエレメントの濾材の開孔径であり、異物を球と仮定した場合、ディスクタイプフィルターエレメントを通過する間に 95 %以上を捕集することができる最小の粒子径（直径）に相当する。

本願発明においては、ディスクタイプフィルターエレメントの目開きは 40 μ m 以下、好ましくは 20 μ m 以下、更に好ましくは 10 μ m 以下である。ディスクタイプフィルターエレメントの目開きが大きくなりすぎると、得られるポリカーボネート中の異物が増大し好ましくない。

本願発明において使用するディスクタイプフィルターエレメントはその内径と外径との比（内径／外径）が 1 / 7 以上が必要であり、好ましくは 1 / 5 以上である。内径と外径の比がこれよりも小さくなると一つのディスクタイプフィルターエレメント内の濾過性に内周と外周とで偏りが顕著となり最外周や最内周ではゲルが生成し易くなるので好ましくない。

なお、定義から明らかなように内径／外径の比は最大でも 1 を超えることはない値である。

上記のような偏流によるゲル発生の現象は内周よりも外周で生じ易い。このため、本願発明においては上記の内径／外径比を保った状態で、更に使用するディスクタイプフィルターエレメントの外径を 15 インチ（38. 1 cm）以下、更に好ましくは 12 インチ（30. 5 cm）以下にすることで一層大きな偏流防止効果が得られる。

一方、ディスクタイプフィルターエレメントの濾過面積の観点では外径を大きくする方が有利となる。この観点からは使用するディスクタイプフィルターエレメントの外径は 4 インチ（10. 2 cm）以上であることが望ましく、6 インチ（15. 2 cm）以上であることが更に好ましい。従って本願発明の偏流防止と濾過面積確保を満足させるディスクタイプフィルターエレメントとして外径が 15 インチ（38. 1 cm）以下でありかつ 4 インチ（10. 2 cm）以上のものが好ましく、外径が 12 インチ（30. 5 cm）以下でありかつ 6 インチ（15. 2 cm）以上のものが更に好ましい。

本願発明に使用するディスクタイプフィルターエレメントの内径は上記内径／外径比を満足させるものであれば如何なるサイズを使用しても構わないが、ディ

スクタイプフィルターエレメントでは濾過されたポリマーが内径に沿って設けられたセンター・ポール（図1の番号7）周りのポリマー導通路（図1の番号8）を通って系外に排出されることが一般に行われており、過度に小さい内径は大きな流動抵抗を生じる。このため、内径としては2インチ（5.08cm）から3インチ（7.62cm）が通常使用される。

5 また、本願発明においては複数枚のディスクタイプフィルターエレメントを使用して一つのフィルター装置を構成するため、ディスクタイプフィルターエレメント間の偏流も大きな問題となる。

この場合においても、濾過面積の確保と偏流の防止とは相反する関係にあり、
10 積層枚数を増加するほど濾過面積は増大するが、ディスクタイプフィルターエレメント間の偏流は発生し易くなる。

本願発明者等の検討によると、一つのフィルター装置に積層して収納されるディスクタイプフィルターエレメントは500枚以下にすることが好ましく、20
15 0枚以下にすることが更に好ましい。積層枚数を増加させすぎるとディスクタイプフィルターエレメント間の偏流が顕著となり、得られるポリマーの品質が低下すると共に、フィルター装置寿命もかえって低下する場合があり好ましく無い。
なお、一つのフィルター装置に積層して収納されるディスクタイプフィルターエレメントは、一連の積層を1列と数えた場合、2列以上ではない方が、偏流を抑制する上で望ましい。従って、たとえば200枚の場合、その200枚が1列に積層されることが好ましい。

20 本願発明においてディスクタイプフィルターエレメント間の偏流および一つのディスクタイプフィルターエレメント内での偏流を防止するためにディスクタイプフィルターエレメントを積層する間隔も重要である。この積層間隔としては実質的に5mm以下が好ましい。また、無限に積層間隔を狭めることも好ましくなく、基本的には次の考えに基づき積層間隔の下限を決定することが好ましい。

25 濾過面を境に濾過前のポリマーが流れる流路を1次側流路、濾過後のポリマーが流れる流路を2次側流路とすると、積層されたディスクタイプフィルターエレメントでは隣接するディスクタイプフィルターエレメントの間に1次側流路が形成され、ディスクタイプフィルターエレメントの内部に2次側流路が形成される。

この時、1次側流路が狭いと（言い換えると積層間隔がディスクタイプフィルター エレメントの内部に形成された流路より狭いと）ポリマーは、ディスクタイプ フィルター エレメント間の1次側流路の内周部にまで達しないうちに、その外周部から濾過層を通り、2次側流路を流れ勝ちとなり、ディスクタイプフィルター エレメントの内周部にデッドスペースを生じゲルを生成する。また、1次側流路 5 が広すぎるとこの逆の現象が生じディスクタイプフィルター エレメントの外周部 10 にゲルを生成し品質劣化とフィルター装置寿命の低下を引き起す。従って、1 次側流路と2次側流路との流動抵抗が等しいことが理想であり、このため、積層 間隔は使用するディスクタイプフィルター エレメントの内部に設けられた2次側 流路厚みと略等しくすることが一つの基準として用いられる。具体的には積層間 隔と、使用するディスクタイプフィルター エレメントの内部に設けられた2次側 15 流路厚みとの差異が、2次側流路厚みの±20%以内にあることが望ましい。な お、2次側流路厚みとは図3のBの厚さを意味する。

下限としては、工作精度等を考えると0.5mmが望ましい。

なお、本願発明において「隣接するディスクタイプフィルター エレメントの積層間隔が5mm以下」における「実質的に」の意味は、具体的には、次の①～③ 20 に示す通りである。

① 1組の隣接するディスクタイプフィルター エレメントについて、図2の濾材12上でほぼ等しい相互間隔となるように10点を任意に選び、隣接するディ 25 スクタイプフィルター エレメントの積層間隔（個々の濾材12上の、各10点についての、対応するそれぞれの距離）が5mm以内であるかいかないかを測定した場合に、この測定の1組を「測定単位」と呼ぶ。この測定単位には10点の積層間隔の測定値がある。

② ①の測定単位について、少なくとも9点までは5mm以下であることを「合 25 格間隔を有する測定単位」と呼ぶ。

③ 一つのフィルター装置内に収納されるすべての隣接するディスクタイプ フィルター エレメントの積層間隔について、上記①の測定を行なった場合に、「測定単位」の全数に対する「合格間隔を有する測定単位」の数の割合いが90%以上である場合に「隣接するディスクタイプフィルター エレメントの積層間隔が5

mm以下」である。

この様な実質的な積層間隔を所定値に維持する方法に特に制限はないが、例えば図1に示すごとく、所定の積層間隔と等しい厚みを有する線材で構成された放射状や同心円状のスペーサー6をディスクタイプフィルターエレメント5の間に挟み込む方法等が使用される。

ポリカーボネートの濾過において目開きの小さいフィルターエレメントを用いることにより異物の少ないポリカーボネートが得られることは当然と考えられがちであるが、実際には目開きを減少させて行くと逆に得られるポリマーの品質が低下することが生じる。これは先に述べたようにポリマーの滞留によりゲルを生成しやすいと言うポリカーボネートの特徴と密接な関係があり、目開きを小さくすることでフィルターエレメントの滞留部分を増加させるために生じる現象である。このため、目開きの小さなフィルターエレメントを使用して、濾過精度を高めるためには適切な運転条件が必要となる。

本願発明においてはフィルター装置を使用する場合の差圧（フィルター装置の入り口の圧と出口の圧との差で示される値である。例えば図1ではポリマ流入路3の圧とポリマ流出路9の圧との差である。）、フィルター装置のフィルターエレメントの濾過単位面積当たりの処理量、フィルター装置内の平均滞留時間、フィルター装置内のポリマ一流速などを適正な値に管理することが重要であり、かくすことにより初めて目開きの小さいディスクタイプフィルターエレメントを用いて優れた品質のポリカーボネートを安定に製造することが可能になる。

本願発明において、差圧を適切な値に維持することは目開きの小さいディスクタイプフィルターエレメントの効果を発現させるために有効である。本願発明における差圧は、目開きが $20\text{ }\mu\text{m}$ のディスクタイプフィルターエレメントを使用した場合は 20 Kg/cm^2 以上の差圧で操作することが好ましく、目開きが $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下のディスクタイプフィルターエレメントを使用した場合は 40 Kg/cm^2 以上の差圧で操作することが好ましい。この差圧以下で操作した場合、得られるポリマーの品質は目開きの低下と共に向上せず、かえって悪化する場合があり、好ましくない。なお、差圧の上限は通常 $150\sim200\text{ Kg/cm}^2$ である。

フィルター装置の操作圧力源としては一般にはギヤポンプ、スクリュー式フィ

ーダー、ルーダー等があるが、本願発明ではその形態を限定するものではない。

本願発明の濾過操作はポリマー温度が350°Cを超えない温度で行うことが好ましく、330°Cを超えない温度で行うことが更に好ましい。

本願発明において、ディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート処理量を適切な値に維持することは目開きの小さいディスクタイプフィルターエレメントの効果を発現させるための他の有効な手段である。本願発明におけるディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート処理量とは使用するディスクタイプフィルターエレメントの全濾過面積 (m^2) でディスクタイプフィルターエレメントを通過させるポリマー量 (Kg/Hr) を除した値であり、本願発明においては、この値を $50\text{ Kg}/m^2/\text{Hr}$ 以上とすることが好ましく、 $100\text{ Kg}/m^2/\text{Hr}$ 以上とすることが更に好ましく、 $150\text{ Kg}/m^2/\text{Hr}$ 以上とすることが最も好ましい。ディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート処理量がこの値未満になると得られるポリマーの品質悪化、特に色相の悪化やゲルの増大、を招くため好ましくない。なお、単位面積当たりのポリカーボネート処理量の上限は通常、 $1500\sim2000\text{ Kg}/m^2/\text{Hr}$ である。

本願発明においては、 V/W の値を $0.2\sim1.0\text{ min}$ にすることも目開きの小さいディスクタイプフィルターエレメントの効果を発現させるために好ましい。ここで V はフィルター装置の空間容積を表わし、 W は1分間にフィルター装置を通過するポリカーボネートの体積流量を表わし、 V/W はフィルター装置を通過するポリカーボネートの平均滞留時間を表わす。 V/W がこの値未満であると濾過の操作圧が上昇し好ましくない。またこの値を越えると得られるポリマーの色相が低下し好ましくなく、極端な場合はゲルの増大を引き起こす場合もある。

本願発明においてフィルター装置内のポリマ一流速も得られるポリカーボネートの品質を向上させるために重要な管理値である。本願発明におけるフィルター装置内のポリマ一流速とはフィルター装置内の平均流速を表わし、濾過容器内の最大ポリマ一流路面積を A (cm^2) 、濾過ポリマ一流量を W (L/min) とした場合、 $W \times 1000/A$ (cm/min) で表わされる値である。

本願発明においてはポリマ一流速を $1\sim10000\text{ cm}/min$ の範囲に

維持することが重要であり、好ましくは10～8000 cm/min、更に好ましくは5.0～5000 cm/minに維持することが重要である。ポリマー平均流速が1 cm/min未満になると得られるポリマーの品質が悪化し好ましくない場合が多い。また10000 cm/minを越えると濾過の操作圧が極めて高くなり好ましくない場合が多い。

本願発明において使用するポリカーボネートを溶融重合法で製造した場合、重合終了後に触媒を失活させておくことが好ましい。本願発明に使用する触媒失活剤としては、公知の触媒失活剤が有効に使用されるが、この中でもスルホン酸のアンモニウム塩、ホスホニウム塩が好ましく、更にドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルアンモニウム塩等のドデシルベンゼンスルホン酸のアンモニウム塩、ホスホニウム塩やパラトルエンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、パラトルエンスルホン酸テトラブチルアンモニウム塩等のパラトルエンスルホン酸のアンモニウム塩、ホスホニウム塩が好ましい。

また、スルホン酸のエステルも好ましい触媒失活剤である。スルホン酸のエステルとしては、ベンゼンスルホン酸メチル、ベンゼンスルホン酸エチル、ベンゼンスルホン酸ブチル、ベンゼンスルホン酸オクチル、ベンゼンスルホン酸フェニル、パラトルエンスルホン酸メチル、パラトルエンスルホン酸エチル、パラトルエンスルホン酸ブチル、パラトルエンスルホン酸オクチル、パラトルエンスルホン酸フェニル等が好ましく用いられる。

なお、これらの中で最も好ましいのは、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩である。

これらの触媒失活剤の使用量はアルカリ金属化合物および／またはアルカリ土類金属化合物より選ばれた前記重合触媒1モル当たり0.5～50モルの割合で、好ましくは0.5～10モルの割合で、更に好ましくは0.8～5モルの割合で、使用することができる。

また本願発明においては、本願発明の目的を損なわない範囲でポリカーボネートにその他の添加剤を添加することができる。

このような添加剤としては、例えば、加工安定剤、耐熱安定剤、酸化防止剤、

光安定剤、紫外線吸収剤、金属不活性化剤、金属石鹼類、造核剤、帶電防止剤、スリップ剤、アンチブロッキング剤、滑剤、難燃剤、離型剤、防黴剤、着色剤、防曇剤、天然油、合成油、ワックス、有機系充填剤、無機系充填剤、エポキシ化合物をあげることができる。

5 これらの内でも耐熱安定剤、紫外線吸収剤、離型剤、着色剤等が特に一般的に使用され、これらは2種以上組み合わせて使用することができる。

本願発明に用いられる加工安定剤、耐熱安定剤、酸化防止剤等の目的のためにには、例えば、燐化合物、フェノール系安定剤、有機チオエーテル系安定剤、ヒンダードアミン系安定剤等を挙げることができる。

10 光安定剤、紫外線吸収剤等としては、一般的な紫外線吸収剤が用いられ、例えば、サリチル酸系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤、シアノアクリレート系紫外線吸収剤等を挙げができる。

離型剤としては一般的に知られた離型剤を用いることができ、例えば、パラフ15 ィン類などの炭化水素系離型剤、ステアリン酸等の脂肪酸系離型剤、ステアリン酸アミド等の脂肪酸アミド系離型剤、ステアリルアルコール、ペンタエリスリトール等のアルコール系離型剤、グリセリンモノステアレート等の脂肪酸エステル系離型剤、シリコーンオイル等のシリコーン系離型剤等を挙げができる。

着色剤としては有機系や無機系の顔料や染料を使用することができる。

20 金属不活性化剤としては、例えばN、N'—[3—(3、5—ジ—t—ブチル—4—ヒドロキシフェニル)プロピオニル]ヒドラジン等が、金属石鹼類としては例えばステアリン酸カルシウム、ステアリン酸ニッケル等が挙げられる。

帶電防止剤としては、例えば(β—ラウラミドプロピル)トリメチルアンモニウムメチルスルフェート等の第4級アンモニウム塩系、アルキルホスフェート系化合物が挙げられる。

25 造核剤としては、例えばジ(4—t—ブチルフェニル)ホスホン酸ナトリウム、ジベンジリデンソルビトール、メチレンビス(2、4—ジ—t—ブチルフェノール)アシッドホスフェートナトリウム塩等のソルビトール系、リン酸塩系化合物が挙げられる。

滑剤としては、例えばエルカ酸アミド、ステアリン酸モノグリセリド等が、難燃剤としては、例えばトリス（2-クロロエチル）ホスフェートなどの含ハロゲンリン酸エステル類、ヘキサブロモシクロドデカン、デカブロモフェニルオキサイドなどのハロゲン化物、三酸化アンチモン、五酸化アンチモン、水酸化アルミニウムなどの金属無機化合物類、これらの混合物等が挙げられる。

これらの触媒失活剤または他の添加剤は、直接に、または適当な溶剤またはポリマーに溶解または分散させて、あるいはマスターペレットとして、溶融状態のポリカーボネートに添加、混練する。このような操作を実施するのに用いられる設備に特に制限は無いが、例えば2軸押出機等が好ましく、添加剤を溶液の形で供給する場合はプランジャーポンプ等の定量ポンプが用いられ、添加剤をマスターポリマーの形で供給する場合はサイドフィーダー等が一般に使用される。触媒失活剤または他の添加剤を溶剤に溶解または分散させた場合はベント付きの2軸押出機が特に好ましく使用される。

他の添加剤は、触媒失活剤と同時に、または別個に、溶融状態のポリカーボネートに添加することが好ましい。

本願発明における所望の成形物製品形態としては、一般にはペレット、チップ、フィルム、シート等があるが、本願発明のポリカーボネートではその形態を限定するものではなく、高粘度物質を一旦冷却固化させて後再溶融することなく直接所望の製品形態に加工することができる。

図面の簡単な説明

・図1

本発明に係わる濾過装置の断面図の一例を示す。

・図2

本発明に係わるディスクタイプフィルターエレメントの一例を示す。

・図3

図2のディスクタイプフィルターエレメントの断面図を示す。

なお、図中の符号は次の意味を有する。

1. 濾過容器

- 2. フランジプレート
- 3. ポリマー流入路
- 4. フィルター押え
- 5. ディスクタイプフィルター元素
- 5. 6. スペーサー
- 7. センターポール
- 8. 導通管
- 9. ポリマー流出路
- 10. 11. 孔
- 10. 12. 濾材
- 13. ハブ
- 14. リテナー
- 15. 支持板
- A. 積層間隔
- 15. B. 2次側流路厚み
- D. ディスクタイプフィルター元素の外径
- d. ディスクタイプフィルター元素の内径

実施例

20 以下に、本願発明の実施例を示す。なお、この実施例は本願発明を例示するためのものであり、本願発明はこの実施例によって制限されるものではない。

・実施例1

目開き $20\text{ }\mu\text{m}$ 、内径／外径の比=1／4.8、外径12インチ(30.5cm)のSUS316製ディスクタイプフィルター元素を積層間隔1.5mmで30枚、総容積27Lのフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネートとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量15200のポリカーボネートを重合槽から直接、270°Cで流量17L/minにて供給濾過した。このときディスクタイプフィルター元素の濾過単位面積当たりのボ

リカーボネット濾過量は $263\text{ kg/m}^2/\text{Hr}$ 、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは 1.6 min 、 $W \times 1000/A$ は 172 cm/min であった。この条件で初期差圧は 40 kgf/cm^2 であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は 50 kgf/cm^2 になつた。

濾過して得られたポリマー 1 Kg を 10 Kg のメチレンクロライドに溶解し、該溶液を $20\mu\text{m}$ の目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、 $0\sim2\text{ g/Kg}$ で安定していた。

濾過操作を打ち切り、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルターエレメント外周部にわずかに紫外線により発光するゲルがみられるのみであり良好であった。

・実施例2

目開き $20\mu\text{m}$ 、内径/外径=1/4、外径12インチ(30.5 cm)のSUS316製ディスクタイプフィルターエレメントを積層間隔 1.5 mm で30枚、総容積 27 L のフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネットとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量 15200 のポリカーボネットを重合槽から直接、 270°C で流量 17 L/min にて供給濾過した。このときディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネット濾過量は $268\text{ kg/m}^2/\text{Hr}$ 、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは 1.6 min 、 $W \times 1000/A$ は 172 cm/min であった。この条件で初期差圧は 42 kgf/cm^2 であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は 53 kgf/cm^2 になつた。

濾過して得られたポリマー 1 Kg を 10 Kg のメチレンクロライドに溶解し、該溶液を $20\mu\text{m}$ の目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、 $0\sim1\text{ g/Kg}$ で安定していた。

濾過操作を打ち切り、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルターエレメント外周部に紫外線により発光するゲルはみられず良好であった。

5 • 実施例3

目開き $20\text{ }\mu\text{m}$ 、内径／外径=1／6、外径12インチ(30.5cm)のSUS316製ディスクタイプフィルターエレメントを積層間隔1.5mmで30枚、総容積27Lのフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネートとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量15200のポリカーボネートを重合槽から直接、270°Cで流量17L/minにて供給濾過した。このときディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート濾過量は259kg/m²/Hr、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは1.6min、W×1000/Aは17.2cm/minであった。この条件で初期差圧は38kgf/cm²であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は48kgf/cm²になった。

濾過して得られたポリマー1Kgを10Kgのメチレンクロライドに溶解し、該溶液を $20\text{ }\mu\text{m}$ の目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、10ヶ/Kg以下で安定していた。

濾過操作を打ち切り、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルターエレメント外周部に紫外線により発光するゲルが少量認められたが全体として良好であった。

25 • 実施例4

目開き $40\text{ }\mu\text{m}$ 、内径／外径=1／2.7、外径8インチ(20.3cm)のSUS316製ディスクタイプフィルターエレメントを積層間隔1.9mmで30枚、総容積14Lのフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネートとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量24000のポリカーボネートを重合槽から直接、270°Cで流量17L/minにて供給濾過した。このときディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート濾過量は259kg/m²/Hr、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは1.6min、W×1000/Aは17.2cm/minであった。この条件で初期差圧は38kgf/cm²であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は48kgf/cm²になった。

ボネットを重合槽から直接、310°Cで流量13L/minにて供給濾過した。このときディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート濾過量は50.4kg/m²/Hr、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは1.1min、W×1000/Aは178cm/minであった。この条件で初期差圧は90kgf/cm²であった。
5 引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は110kgf/cm²になった。

濾過して得られたポリマー1Kgを10Kgのメチレンクロライドに溶解し、該溶液を20μmの目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、5ケ/Kg以下で安定していた。
10

濾過操作を打ち切り、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルターエレメント外周部に紫外線により発光するゲルがほとんど認められず良好であった。

15

・実施例5

目開き40μm、内径/外径=1/6、外径12インチ(30.5cm)のSUS316製ディスクタイプフィルターエレメントを積層間隔1.9mmで30枚、総容積27Lのフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネットとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量24000のポリカーボネットを重合槽から直接、310°Cで流量13L/minにて供給濾過した。このときディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネット濾過量は198kg/m²/Hr、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは2.1min、W×1000/Aは131cm/minであった。この条件で初期差圧は60kgf/cm²であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は65kgf/cm²になった。
20
25

濾過して得られたポリマー1Kgを10Kgのメチレンクロライドに溶解し、該溶液を20μmの目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微

鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、20ケ/Kg以下で安定していた。

濾過操作を打ち切り、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルター元素外周部に紫外線により発光するゲルが認められたが全体としては良好であった。
5

・比較例1

目開き $20\text{ }\mu\text{m}$ 、内径/外径=1/6、外径18インチ(45.7cm)のS
10 US316製ディスクタイプフィルター元素を積層間隔1.5mmで30枚、総容積66Lのフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネートとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量15200のポリカーボネートを重合槽から直接、270°Cで流量38L/minにて供給濾過した。このときディスクタイプフィルター元素の濾過単位面積当たりのポリカーボネート濾過量は $258\text{ kg/m}^2/\text{Hr}$ 、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)における V/W は 1.7 min 、 $W \times 1000/A$ は $2.57\text{ cm}/\text{min}$ であった。この条件で初期差圧は 40 kgf/cm^2 であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は 50 kgf/cm^2 になった。
15

濾過して得られたポリマー1Kgを10Kgのメチレンクロライドに溶解し、該溶液を $20\text{ }\mu\text{m}$ の目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、2.0ケ/Kgとやや高いレベルで推移し、かつ、3度にわたり100ケ/kgを超える多量のゲルが認められることがあった。
20

濾過操作を打ち切り、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルター元素外周部の約1/5にわたって、紫外線照射により発光するゲルがみられた。
25

・比較例2

目開き $20\text{ }\mu\text{m}$ 、内径/外径=1/1.2、外径24インチ(61.0cm)の

SUS316製ディスクタイプフィルターエレメントを積層間隔1.5mmで30枚、総容積110Lのフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネートとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量15200のポリカーボネートを重合槽から直接、270°Cで流量70L/minにて供給濾過した。

5 このときディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート濾過量は261kg/m²/Hr、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは1.6min、W×1000/Aは359cm/minであった。この条件で初期差圧は40kgf/cm²であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は50kgf/cm²になつた。

10 濾過して得られたポリマー1Kgを10Kgのメチレンクロライドに溶解し、該溶液を20μmの目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、30ヶ/Kgから100ヶ/kgを超える値の範囲で不規則に変動し、安定しなかつた。

15 濾過終了後、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルターエレメント外周部の約1/3とディスクタイプフィルターエレメント濾材支持板上に紫外線で発光するゲルが多数みられた。

・比較例3

20 目開き20μm、内径/外径=1/7.2、外径18インチ(45.7cm)のSUS316製ディスクタイプフィルターエレメントを積層間隔1.5mmで30枚、総容積66Lのフィルター装置に装着し、これにジフェニルカーボネートとビスフェノールAとを溶融重合して得た粘度平均分子量15200のポリカーボネートを重合槽から直接、270°Cで流量38L/minにて供給濾過した。

25 このときディスクタイプフィルターエレメントの濾過単位面積当たりのポリカーボネート濾過量は255kg/m²/Hr、濾過容器内容積V(L)と濾過ポリマー流量W(L/min)におけるV/Wは1.7min、W×1000/Aは258cm/minであった。この条件で初期差圧は38kgf/cm²であった。引き続き上記条件で20日間濾過したところ、濾過終了時の差圧は48kgf/

c m²になった。

濾過して得られたポリマー1 Kgを10 Kgのメチレンクロライドに溶解し、該溶液を20 μmの目開きを有する濾布で濾過し、該濾布を紫外線照射下で顕微鏡観察しゲルの含有量を測定した結果、操作期間を通して、30ヶ/Kgから100ヶ/kgを超える値の範囲で不規則に変動し、安定しなかった。
5

濾過終了後、フィルター装置内部を分解点検したところ、ディスクタイプフィルターエレメント外周部の約1/3とディスクタイプフィルターエレメント濾材支持板上に紫外線で発光するゲルが多数みられた。

10 産業上の利用可能性

本願発明の目的は、上記従来技術の問題点を改善し、フィルター装置を用いて異物を効率よく除去し、同時にフィルター装置内での着色、架橋、ゲルの発生を抑制して、品質の優れたポリカーボネートを製造するための方法を提供することである。

15 本願発明方法により、上記従来技術の問題点が改善され、フィルター装置を用いて異物を効率よく除去し、同時にフィルター装置内での着色、架橋、ゲルの発生を抑制して、品質の優れたポリカーボネートおよび成形物を製造することができる。

請求の範囲

1. 粘度平均分子量が10000以上の中融状態のポリカーボネートを濾過するポリカーボネートの製造方法であって、外径が15インチ(38.1cm)以下であり、内径／外径の比が1／7以上であり、目開きが40μm以下であるディスクタイプフィルターエレメントを複数枚積層して収納するフィルター装置を1つ以上使用するポリカーボネートの製造方法。
2. 収納するディスクタイプフィルターエレメントの内径／外径の比が1／5以上であることを特徴とする請求項1記載のポリカーボネートの製造方法。
3. 使用するディスクタイプフィルターエレメントの外径が4インチ(10.2cm)以上であることを特徴とする請求項1または2記載のポリカーボネートの製造方法。
4. 使用するディスクタイプフィルターエレメントの外径が12インチ(30.5cm)以下でありかつ6インチ(15.2cm)以上であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
5. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルターエレメントの枚数が500枚以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
6. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルターエレメントの枚数が200枚以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
7. 隣接するディスクタイプフィルターエレメントの積層間隔が実質的に5mm以下であることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
8. 積層されたディスクタイプフィルターエレメントを、一つのフィルター装置につき1組のみ収納することを特徴とする請求項1～7のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。
9. ディスクタイプフィルターエレメントが焼結金属繊維組織および／または金網よりなる濾過材を構成要素として含むことを特徴とする請求項1～8のいずれかに記載のポリカーボネートの製造方法。

10. ポリカーボネートが芳香族ジオール化合物と炭酸ジエステル化合物とを触媒の存在若しくは非存在下に重縮合せしめて製造したポリカーボネートであることを特徴とする請求項1～9のいずれかに記載の製造方法。

11. 芳香族ジオール化合物と炭酸ジエステル化合物とを触媒の存在若しくは非存在下に連続的に重縮合せしめて製造したポリカーボネートを溶融状態で必要に応じて添加剤を添加した後、一旦冷却固化することなく直接フィルター装置で濾過することを特徴とする請求項1～10のいずれかに記載のポリカーボネート製造方法。

12. 外径が15インチ(38.1cm)以下であり、内径／外径の比が1／7以上であり、目開きが40μm以下であるディスクタイプフィルター元素を複数枚積層して収納するポリカーボネート製造用フィルター装置。

13. 収納するディスクタイプフィルター元素の内径／外径の比が1／5以上であることを特徴とする請求項12に記載のフィルター装置。

14. 使用するディスクタイプフィルター元素の外径が4インチ(10.2cm)以上であることを特徴とする請求項12または13に記載のフィルター装置。

15. 使用するディスクタイプフィルター元素の外径が12インチ(30.5cm)以下でありかつ6インチ(15.2cm)以上であることを特徴とする請求項12～14のいずれかに記載のフィルター装置。

16. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルター元素の枚数が500枚以下であることを特徴とする請求項12～15のいずれかに記載のフィルター装置。

17. 一つのフィルター装置を構成するディスクタイプフィルター元素の枚数が200枚以下であることを特徴とする請求項12～15のいずれかに記載のフィルター装置。

18. 隣接するディスクタイプフィルター元素の積層間隔が実質的に5mm以下であることを特徴とする請求項12～17のいずれかに記載のフィルター装置。

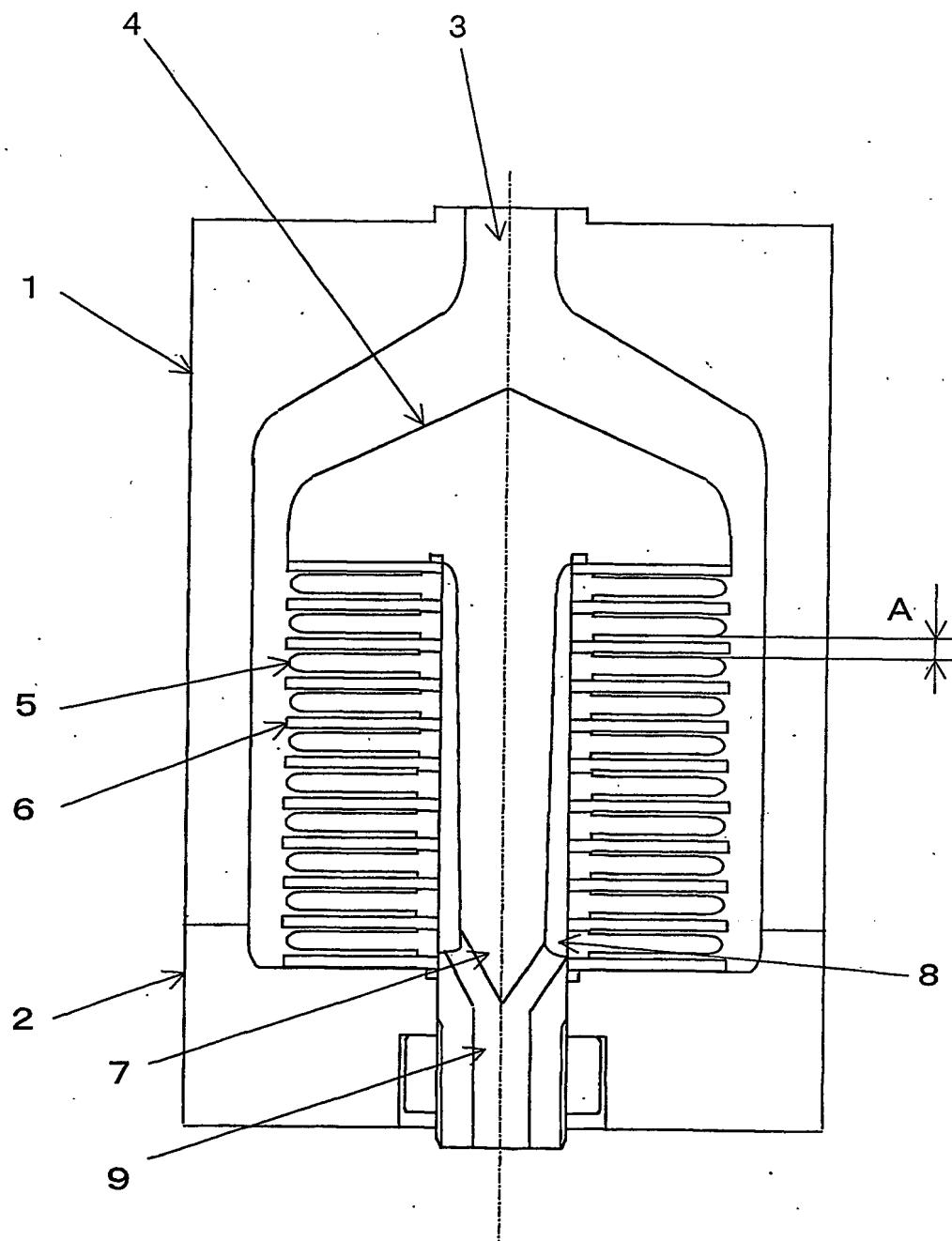
19. 積層されたディスクタイプフィルター元素を1組のみ収納する

ことを特徴とする請求項12～18のいずれかに記載のフィルター装置。

20. ディスクタイプフィルターエレメントが焼結金属繊維組織および／または金網よりなる濾過材を構成要素として含むことを特徴とする請求項12～19のいずれかに記載のフィルター装置。

5 21. ポリカーボネートが芳香族ジオール化合物と炭酸ジエステル化合物とを触媒の存在若しくは非存在下に重縮合せしめて製造したポリカーボネートであることを特徴とする請求項12～20のいずれかに記載のフィルター装置。

図-1



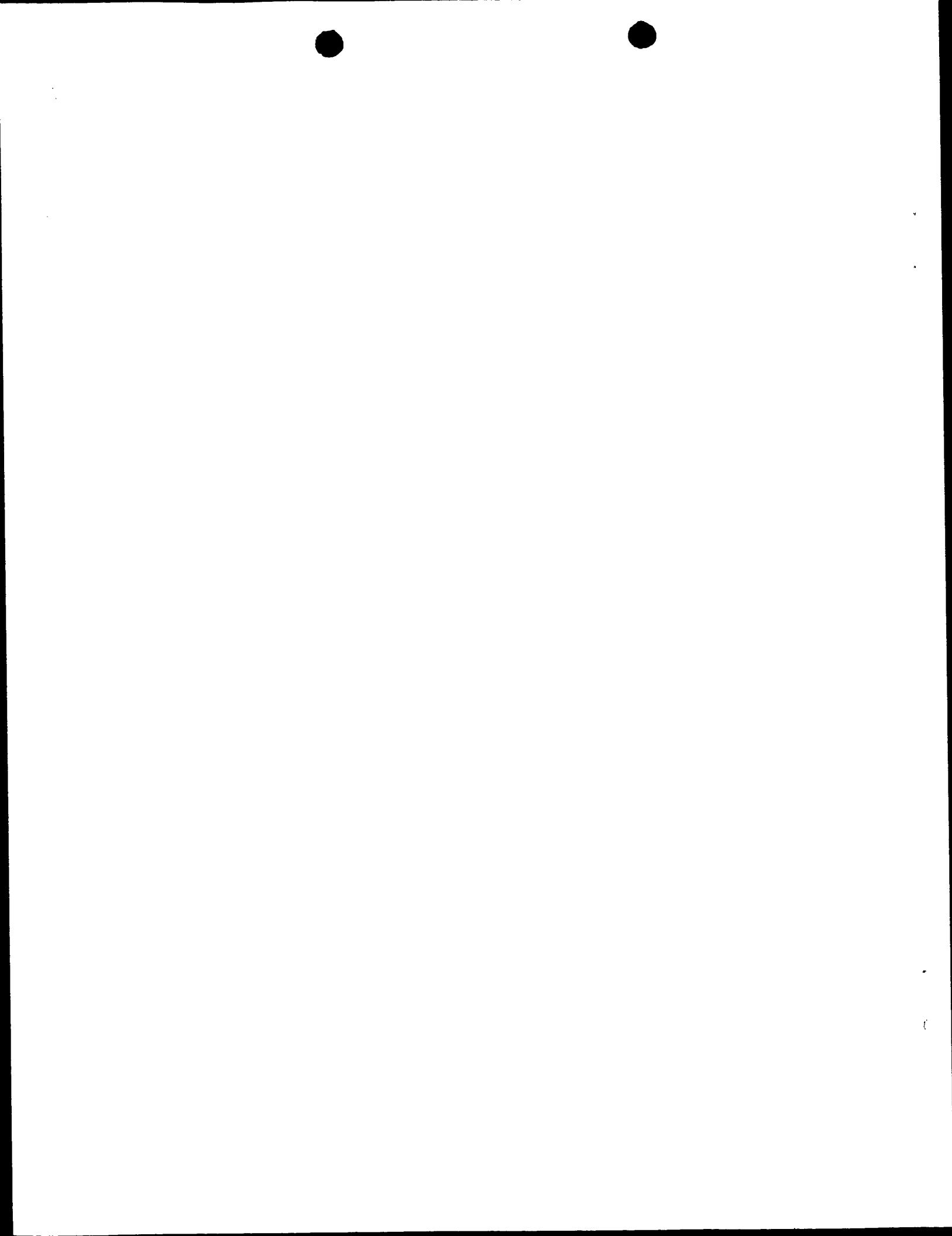


図-2

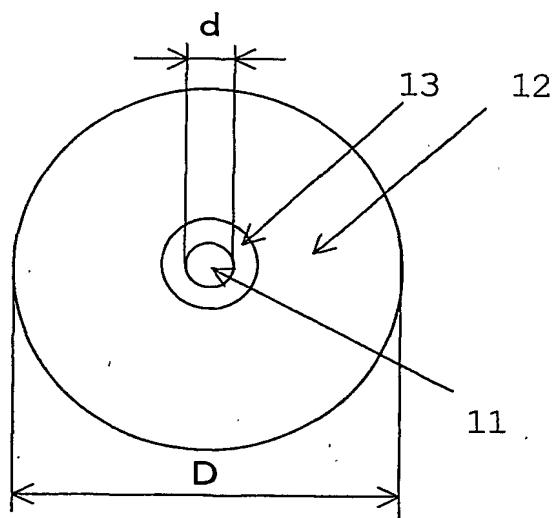
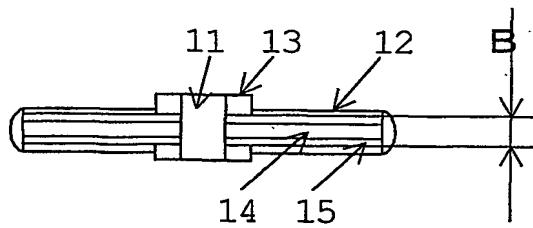
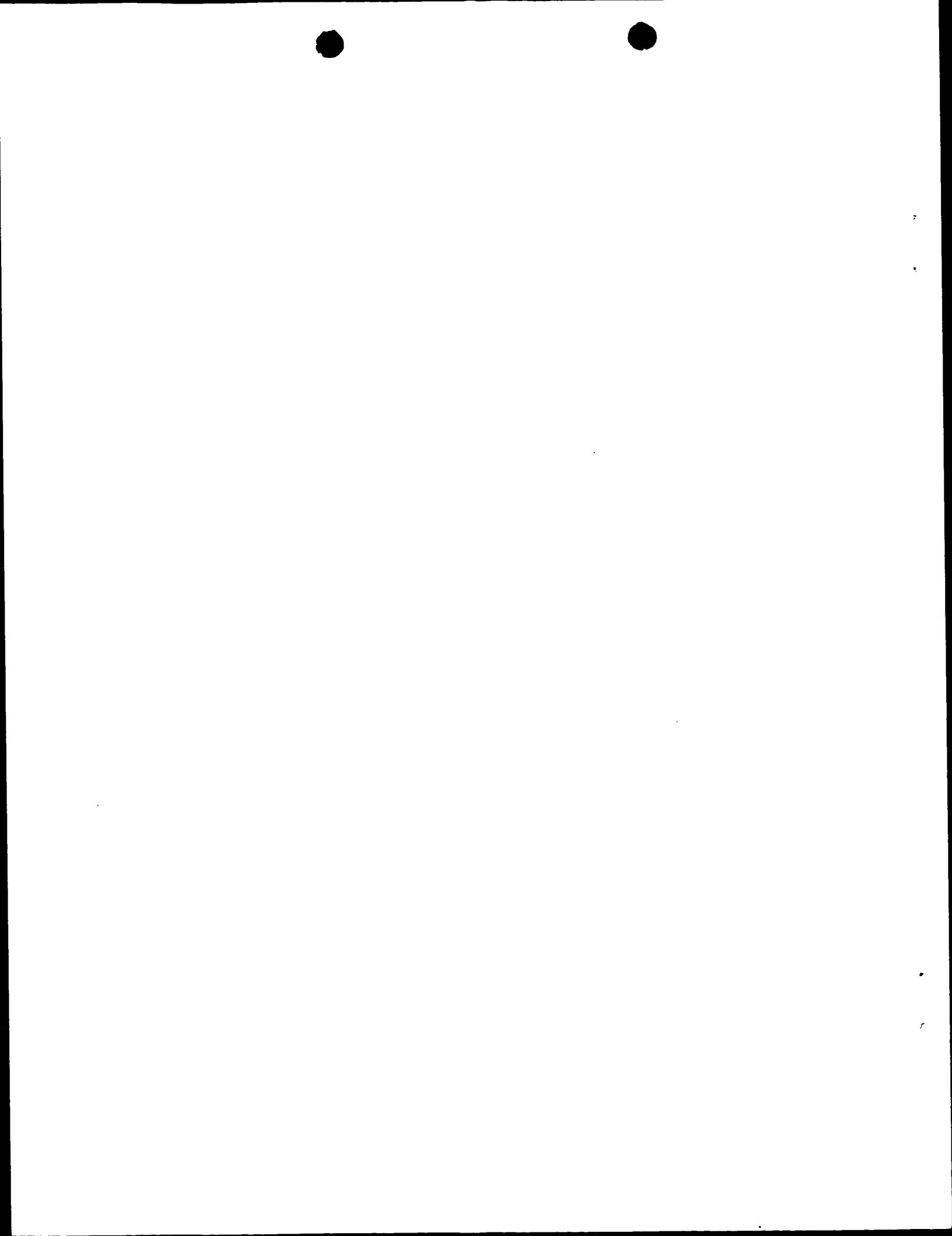


図-3





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/02418

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C08G64/40

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C08G64/40

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Jitsuyo Shinan Koho 1926-2000 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| A | JP, 9-104747, A (Idemitsu Petrochemical Co., Ltd.), 22 April, 1997 (22.04.97), page 2, left column, lines 2 to 12 (Family: none) | 1-21 |
| A | JP, 5-186583, A (Teijin Chem. Ltd.), 27 July, 1993 (27.07.93), page 2, left column, lines 2 to 7 (Family: none) | 1-21 |

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

| | |
|---|--|
| * Special categories of cited documents: | |
| "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance | "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention |
| "E" earlier document but published on or after the international filing date | "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone |
| "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) | "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art |
| "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means | "&" document member of the same patent family |
| "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | |

Date of the actual completion of the international search
10 July, 2000 (10.07.00)

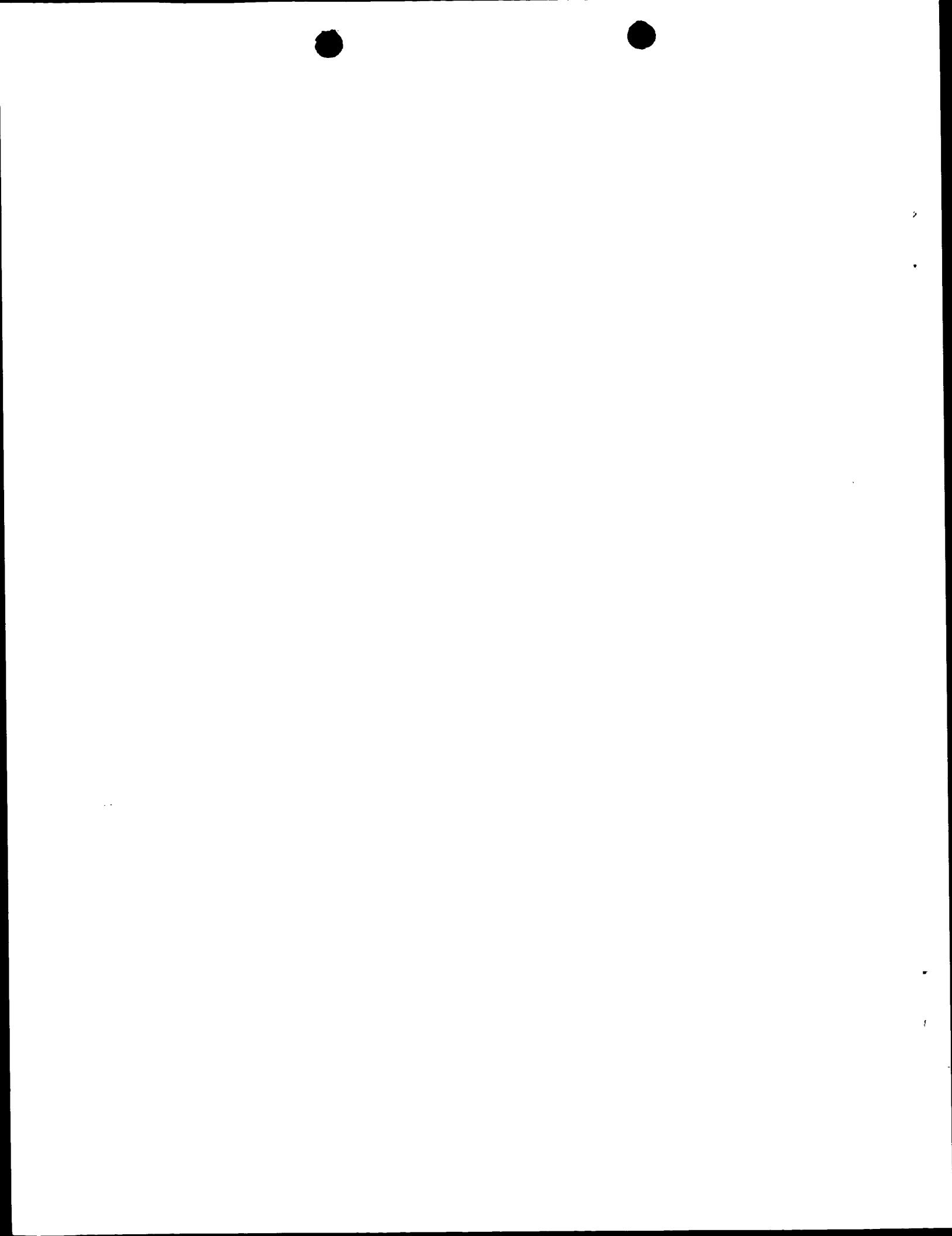
Date of mailing of the international search report
18 July, 2000 (18.07.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Faxsimile No.

Telephone No.



A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
Int. Cl' C08G64/40

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））
Int. Cl' C08G64/40

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-2000年
日本国公開実用新案公報 1971-2000年
日本国登録実用新案公報 1994-2000年
日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| A | J P, 9-104747, A (出光石油化学株式会社)、 22. 4月. 1997 (22. 04. 97)、第2頁左欄第2行- 第12行 (ファミリーなし) | 1-21 |
| A | J P, 5-186583, A (帝人化成株式会社)、 27. 7月. 1993 (27. 07. 93)、第2頁左欄第2行- 第7行 (ファミリーなし) | 1-21 |

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

10. 07. 00

国際調査報告の発送日

18.07.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

森川 聰

4 J 9268

電話番号 03-3581-1101 内線 3456

